

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-269788

(43)Date of publication of application : 05.10.1999

(51)Int.Cl. D21C 5/02
D21C 9/14

(21)Application number : 10-070063

(71)Applicant : MITSUBISHI PAPER MILLS LTD

(22)Date of filing : 19.03.1998

(72)Inventor : NISHINO FUMIAKI

(54) FLUORESCENCE ELIMINATION OF FLUORESCENT DYE-CONTAINING OLD PAPER OR PAPERMAKING WHITE WATER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for fluorescence elimination for old paper or papermaking white water containing a fluorescent dye, capable of obtaining a pulp having the same high quality as that of a virgin pulp or reducing water due to reuse of papermaking white water.

SOLUTION: A kraft pulp is mixed with 3-50 wt.% of an old paper pulp which comprises old paper containing a fluorescent dye and is macerated, deinked or bleached at one or more parts in a chlorine-based bleaching process for a kraft pulp and subjected to fluorescence elimination treatment. Papermaking white water (A) containing a fluorescent dye is added to a chlorine-based white water (B) discharged from at least one parts in the chlorine-based bleaching process for kraft pulp in the weight ratio of the A/B of 1/1 to 1/100 is bleached and subjected to fluorescence elimination treatment.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 13.09.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

*** NOTICES ***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]**[0001]**

[Field of the Invention] This invention relates to the used paper containing fluorescent dye, or the fluorescence method of elimination of paper-making Hakusui.

[0002]

[Description of the Prior Art] Conventionally, recycled pulp is used as a paper manufacture raw material with wood pulp. Recycled pulp was use of the lower class paper in which whiteness degrees, such as a newspaper, a magazine, and toilet paper, are seldom mainly demanded. However, importance has come to be attached to playback pulping of used paper by environmental protection, recycling of a resource, etc. in recent years.

[0003] The latest used paper is in the inclination for adhesion of paper and ink to be unable to deink easily strongly due to amelioration of the printing ink corresponding to improvement in the speed of printing, beautiful-decoration-izing, etc. and an advance of a printing format, i.e., offset, letterpress, laser, etc. Furthermore, in a Prior art, playback pulping is [that it is hard to disaggregate by surface treatment, such as ultraviolet-rays hardening resin and heat-curing resin,] more difficult still.

[0004] In printing used paper or office used paper, many throwaways, catalogs, etc. containing fluorescent dye are seen. In deinking bleaching of a conventional method, it is hard to decolorize the used paper containing these fluorescent dye. These mixing is one of the fall of a whiteness degree, the difficulty of color tone doubling, and the factors of a space coloring foreign matter. Therefore, the present condition is depending before a disaggregation process at the sampling activity by the help, and removed, when the used paper containing fluorescent dye is mixed in office used paper, printing used paper, etc.

[0005] As the elimination approach of fluorescent dye, by JP,62-97993,A, a sodium-hydroxide solution adjusts the used paper by which disaggregation was carried out to ten or more pH, subsequently a sodium-hypochlorite solution is added, and the approach of storing under the temperature of less than 60 degrees C from ordinary temperature, and eliminating fluorescent dye is indicated. However, not only fluorescence elimination is inadequate, but by this approach, damage on tenebrescence (etiolation phenomenon) and a cellulose takes place.

[0006] Moreover, in JP,48-1693,B, the technique which eliminates the fluorescence from the used paper which contains the fluorescent brightener which consists of a 4 and 4'-diaminostilbene sulfane acid derivative by the JIKURORU isocyanuric acid salt is indicated. However, it generates so much [while AOX (adsorbent organic halogenated compound) drains], and a JIKURORU isocyanuric acid salt benefits a chlorine compound a problem.

[0007] Furthermore, in JP,8-19630,B, the approach of eliminating the fluorescence in used paper by chlorine dioxide processing under specific conditions to a used paper slurry is indicated. However, in the present used paper processing facility, bleaching by the hydrogen peroxide and sodium hypochlorite is common, and use of a chlorine dioxide has a fault, such as it being not only very difficult on a facility, but being connected with cost quantity.

[0008]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The purpose of this invention can solve the trouble of said conventional technique, and can obtain the thing of the high quality which is not different from a virgin pulp by carrying out mixed processing of the recycled pulp at a kraft pulp bleaching process, and eliminating fluorescence. Moreover, fluorescence can be eliminated by mixing paper-making Haksui containing fluorescent dye with chlorine-based Haksui of a kraft pulp bleaching process, and water saving accompanying reuse of paper-making Haksui can be offered.

[0009]

[Means for Solving the Problem] this invention person came to invent the used paper containing the fluorescent dye of this invention, or the fluorescence method of elimination of paper-making Haksui, as a result of repeating research wholeheartedly that the above-mentioned trouble should be solved.

[0010] The fluorescence method of elimination of the used paper containing the fluorescent dye of this invention presupposes that it is characterized by mixing disaggregation which consists of used paper which contains fluorescent dye or more by at least one in the chlorine-based bleaching process of kraft pulp, and the recycled pulp which deinked or processed [bleaching] five to 50% of the weight to kraft pulp, bleaching, and carrying out fluorescence elimination processing. That is, with the chlorine bleach used at the bleaching process of kraft pulp, conjugation duplex association, chromophore, etc. which exist in fluorescent dye are decomposed, and fluorescence is controlled.

[0011] The fluorescence intensity of the used paper containing the fluorescent dye in this invention is 0.5-10, and fluorescent dye is 200-400nm in ultraviolet short wavelength which has any one or more of a stilbene radical, the amino group, a sulfone radical, and the diazo groups.

[0012] The chlorine-based bleaching process of the kraft pulp in this invention is at least one or more places chosen from the stage of chlorine, chlorine and a chlorine dioxide, a chlorine dioxide, and a hypochlorite.

[0013] moreover, paper-making Haksui which contains fluorescent dye all over chlorine-based (Haksui B) where the fluorescence method of elimination of paper-making Haksui containing the fluorescent dye of this invention is discharged or more from at least one in the chlorine-based bleaching process of kraft pulp -- (A) is characterized by 1 / mixing 1 - 1/100 and carrying out fluorescence elimination processing by the weight ratio (A/B). That is, with the chlorine-based ion which remains all over chlorine-based Haksui of kraft pulp, conjugation duplex association, chromophore, etc. which exist in fluorescent dye are decomposed, and fluorescence is controlled.

[0014] The fluorescence intensity of paper-making Haksui containing the fluorescent dye in this invention is 0.3-8, and fluorescent dye is 200-400nm in ultraviolet short wavelength which has any one or more of a stilbene radical, the amino group, a sulfone radical, and the diazo groups.

[0015] Chlorine-based Haksui in this invention is Haksui discharged from at least one or more places of the stage by chlorine, chlorine and a chlorine dioxide, the chlorine dioxide, and the hypochlorite, and a residual salt quantum is 1-1000 ppm.

[0016]

[Embodiment of the Invention] A throwaway, a catalog, etc. which were dyed as used paper which it regenerates by this invention by the fluorescent dye which generally exists in printing used paper or office used paper are paper of fine quality, fine coated paper, etc. which were printed. From the first, the paper of fine quality containing fluorescent dye has a high whiteness degree, and is quality used paper. Therefore, the product which suited deinking and defluorescence needs may be obtained.

[0017] As for the used paper containing the above-mentioned fluorescent dye, fluorescence is eliminated by disaggregation and deinking or bleaching processing, considering as recycled pulp (it abbreviating to DIP hereafter), and the part of the arbitration in the chlorine-based bleaching process of kraft pulp (it abbreviates to KP hereafter) being mixed, and bleaching this with DIP and KP.

[0018] the broad-leaved tree KP is hardwood pulp (it abbreviates to LBKP hereafter), softwood pulp (it abbreviates to NBKP hereafter), etc. which are generally used, and according to domestic timber as tree species and a needle-leaf tree, the broad-leaved tree by foreign material, and a needle-leaf tree -- afforestation material etc. can be mentioned further.

[0019] DIP containing fluorescent dye is 10 - 30 % of the weight preferably, when bleaching processing is carried out to KP in 3 - 50% of the weight of the amount of mixing and the pulp quality side after processing is taken into consideration.

[0020] Here, although problems, such as quality, do not have DIP at less than 3 % of the weight to KP, combination is difficult like a facility of a pump etc. On the other hand, exceeding 50 % of the weight, if many, the present operating condition will be changed, and it is needed for an excess in the appending rate of *****, and pulp quality also deteriorates further.

[0021] As fluorescent dye in this invention, it has any one or more of a stilbene radical, the amino group, a sulfone radical, and the diazo groups, and has the wavelength field whose ultraviolet short wavelength is 200-400nm. Specifically as fluorescent dye, a bis(triazinylamino)stilbene disulfonate derivative, a coumarin derivative, a PIRAZONIN derivative, the North America Free Trade Agreement RUIMIDO derivative, a bis-benzoxazolyl derivative, a bis-styryl biphenyl derivative, etc. can be mentioned. In addition, fluorescent dye is aimed at what cannot carry out fluorescence elimination using a hydrogen peroxide while limiting it to the above-mentioned wavelength field by the spectrophotofluorometer and FT-IR.

[0022] The fluorescence intensity of the recycled pulp containing the fluorescent dye in this invention is within the limits of 0.5-10. The Nippon Denshoku Industries; spectrum color meter "PF-10" was used in measurement of fluorescence intensity.

[0023] Here, although the elimination effectiveness is seen less than 0.5, if fluorescence intensity is less than 0.5 level, it can eliminate at the regeneration process of a DIP system as it is. On the other hand, more than 10, if fluorescence intensity is large, it cannot finish carrying out fluorescence elimination completely at the usual KP chlorine-based bleaching process. In addition, it is eliminable if a chlorine-based chemical is added superfluously [without taking quality into consideration].

[0024] Although DIP carries out defluorescence processing of the used paper containing fluorescent dye by deinking or bleaching processing by disaggregation and at least 1 or more in the chlorine-based bleaching process of KP, as a chlorine-based bleaching process in KP, it carries out by at least one or more places chosen from the stage of chlorine (C), chlorine and a chlorine dioxide (D), a chlorine dioxide, and a hypochlorite (H). For example, they are C-E(alkali stage)-H-D, C/D-E-H-D, D-E-H-D, etc.

[0025] chlorine-based Hokusui where the fluorescence method of elimination of paper-making Hokusui containing the fluorescent dye in this invention is discharged or more from at least one in the chlorine-based bleaching process of KP -- paper-making Hokusui which contains fluorescent dye to (B) -- (A) is mixed and fluorescence is eliminated. In mixing, it is the range of 1 / 1 - 1/100 in a weight ratio (A/B). It is the range of 1 / 2 - 1/80 still more preferably.

[0026] Paper-making Hokusui containing fluorescent dye is Hokusui generated at the time of paper milling of the printing stencil paper which is generally using fluorescent dye (fluorescent brightener etc.), coating stencil paper, etc.

[0027] Here, although effectiveness is seen less than by 1/100 to chlorine-based Hokusui (B) by which paper-making Hokusui (A) containing fluorescent dye is discharged from KP, the amount of the paper-making Hokusui used decreases. On the other hand, when many [exceeding 1/1], the effectiveness of fluorescence elimination is small.

[0028] The fluorescence intensity of paper-making Hokusui which fluorescent dye contains is within the limits of 0.3-8.0. As fluorescent dye, it has any one or more of a stilbene radical, the amino group, a sulfone radical, and the diazo groups, and has the wavelength field whose ultraviolet short wavelength is 200-400nm.

[0029] Here, although the elimination effectiveness is seen less than 0.3, if fluorescence intensity is less than 0.3 level, even if it can eliminate by coagulation sedimentation processing of a paper-making system etc. and will use it as paper-making Hokusui as it is, it is satisfactory. On the other hand, more than 8, if fluorescence intensity is large, it cannot eliminate fluorescence completely in chlorine Hokusui of KP.

[0030] KP Hokusui discharged from the chlorine-based bleaching process of KP is discharged or more

from at least one in the stage by chlorine, chlorine and a chlorine dioxide, the chlorine dioxide, and the hypochlorite, and is 1-1000 ppm as a residual salt quantum. It is 10-500 ppm still more preferably. Here, in less than 1 ppm, fluorescence can hardly be eliminated, and many KP Hokusui hardly exists exceeding 1000 ppm, and it becomes an environmental problem on the level beyond this.

[0031] Since the defluorescence processing conditions of DIP can be enough eliminated on the bleaching conditions in KP process and further bleaching improvement can also be aimed at, it is not necessary to change conditions.

[0032] moreover -- although it is not necessary to change similarly about the fluorescence of paper-making Hokusui -- a mixing ratio -- it needs to be cautious of a rate and residual salt **** enough.

[0033] Although an art well-known about DIP regeneration is sufficient, as an example of a general process for example, a disaggregation process (pulper) -> roughing process (a roughing screen and a cleaner --) a roughing washer and roughing thickener -> deinking process (deinking kneader, floatator) -> careful selection process (a careful selection screen --) The art performed in order, such as a cleaner, careful selection washer, and careful selection thickener -> bleaching process (bleaching kneader, column, bleaching washer) -> paper-making process (a high concentration chest, paper machine), can be mentioned.

[0034]

[Example] Although an example is given and this invention is explained concretely hereafter, this invention is not limited to this example. In addition, in an example, all of the section of a publication and % are based on weight section and weight %.

[0035] According to the following measurement and the evaluation approach, it carried out in the example or the example of a comparison of this invention. a whiteness degree (brightness-by-Hunter method; JIS-P8123), a hue and fluorescence intensity (spectrum color meter by Nippon Denshoku Co., Ltd. "PF-10"), a consistency (JIS-P8118), freshness (Canadian freeness circuit tester; JIS-P8121), breaking length (JIS-P8113), internal linkage reinforcement (internal bond tester), opacity (JIS-P8138), smoothness (TAPPI T-236), and a ratio -- it measured using tearing strength (ERUMENDORUFU ***** tester; JIS-P8116).

[0036] The used paper and KP Hokusui containing fluorescent dye could be decolorized with FT-IR (PerkinElmer Japan Co., Ltd. make), spectrum color meter, and a hydrogen peroxide, and printing used paper and office used paper used the general thing, and they were used, there having been nothing and having carried out the thing check.

[0037] the color top used paper (fluorescence intensity 4.1) containing <fluorescence elimination of used paper containing fluorescent dye> example 1 fluorescent dye -- a high concentration pulper (about 20% of pulp densities) -- using -- 0.8% (NaOH) of sodium hydroxides, and a deinking agent (Kao Corp. make; DI-1200) -- 0.08% was added and it disaggregated for 30 minutes at the room temperature. then, 0.1% of hydrogen peroxides after carrying out washing dehydration and adjusting to about 30% of concentration, NaOH2.4%, and a deinking agent -- 0.18% was added, distributed mixing was carried out, and it riped at the temperature of 60 degrees C for 2 hours. Subsequently, floatation treatment was carried out, washing dehydration was carried out and the recycled pulp (DIP) of 81.9% of whiteness degrees and fluorescence intensity 3.9 was obtained. To obtained DIP, 0.1% (ClO₂) (pulp for a bone dry) of chlorine dioxides was added, at 15% of pulp densities, and a room temperature, it stirred for 60 minutes, washing dehydration was carried out, and pulp was obtained.

[0038] The color top used paper (fluorescence intensity 6.8) containing example 2 fluorescent dye was disaggregated on the same conditions as an example 1, after carrying out washing dehydration, further, it riped, and floatation treatment was carried out, washing dehydration of was done, and DIP of 82.3% of whiteness degrees and fluorescence intensity 6.5 was obtained. To obtained DIP, ClO₂0.15% was added, washing dehydration was processed and carried out for 60 minutes at 15% of pulp densities, and a room temperature, and pulp was obtained.

[0039] The color top used paper (fluorescence intensity 9.8) containing example 3 fluorescent dye was disaggregated on the same conditions as an example 1, after carrying out washing dehydration, further, it riped, and floatation treatment was carried out, washing dehydration of was done, and DIP of 82.7% of

whiteness degrees and fluorescence intensity 9.6 was obtained. To obtained DIP, ClO₂ 20.2% was added, at the room temperature, it processed for 60 minutes, washing dehydration was carried out, and pulp was obtained.

[0040] The color top used paper (fluorescence intensity 9.8) containing the fluorescent dye of example 4 example 3 was disaggregated on the same conditions, it riped, floatation treatment was carried out to washing dehydration and a pan, washing dehydration of was done, and DIP of 82.7% of whiteness degrees and fluorescence intensity 9.6 was obtained. To obtained DIP, ClO₂ 20.2% was added, at 50 degrees C, it processed for 60 minutes, washing dehydration was carried out, and pulp was obtained.

[0041] On the same conditions, washing dehydration was disaggregated and carried out, further, it riped, floatation treatment of the color top used paper (fluorescence intensity 9.8) containing the fluorescent dye of example 5 example 3 was carried out, washing dehydration of was done, and DIP of 82.7% of whiteness degrees and fluorescence intensity 9.6 was obtained. To obtained DIP, ClO₂ 20.2% was added, at the room temperature, it processed for 120 minutes, washing dehydration was carried out, and pulp was obtained.

[0042] The color top used paper (fluorescence intensity 4.1) containing the fluorescent dye of example 6 example 1 was disaggregated on these conditions, after carrying out washing dehydration, it riped, and floatation treatment was carried out, washing dehydration of was done, and DIP of 81.9% of whiteness degrees and fluorescence intensity 3.9 was obtained. Subsequently, a kraft-pulp (KP) bleaching process: The pulp which blended DIP 30% and carried out multistage bleaching to one step of C/D in O(oxygen bleaching)-C (chlorine) / D1(chlorine dioxide)-E(sodium hydroxide)-H(sodium hypochlorite)-D2 was obtained.

[0043] By 1.5% and appending rate;0.15% of D1, The appending rate of the <conditions of bleaching> C; 3.5% of pulp densities, At 0.8%, 55 degrees C, the appending rate for [E] 30 minutes; 12% of pulp densities, 65 degrees C, appending rate [for / H / 90 minutes]; -- KP(s) bleached by O-C/D1-E-H-D2 which, in addition, does not blend 65 degrees C of DIP for 90 minutes 12% of pulp densities by 0.4% at 12% of pulp densities, 65 degrees C, and appending rate;0.1% for [D2] 90 minutes are 86.2% of whiteness degrees, and fluorescence intensity 0.0.

[0044] On the same conditions as example 7 example 6, it blended with H steps of DIP and KP of fluorescence intensity 3.9 30%, and the pulp which H-D2 bleached was obtained.

[0045] appending rate [of the <conditions of bleaching> H]; -- 0.4% -- 12% of pulp densities, 65 degrees C, and appending rate;0.1% for [D2] 90 minutes -- for 12% of pulp densities, 65 degrees C, and 90 minutes -- [0046] On the same conditions as example 8 example 6, it blended with two steps of D of DIP and KP of fluorescence intensity 3.9 10%, and the pulp which D2 bleached was obtained.

[0047] The appending rate of the <conditions of bleaching> D 2; it is 0.1% and is [0048] for 90 minutes 65 degrees C 12% of pulp densities. On the same conditions as example 9 example 8, it blended with two steps of D of DIP and KP of fluorescence intensity 3.9 30%, and the pulp which D2 bleached was obtained. Bleaching conditions are the same as an example 8.

[0049] On the same conditions as example 10 example 8, it blended with two steps of D of DIP and KP of fluorescence intensity 3.9 50%, and the pulp which D2 bleached was obtained. Bleaching conditions are the same as an example 8.

[0050] The color top used paper (fluorescence intensity 4.1) containing the fluorescent dye of example of comparison 1 example 1 was disaggregated and deinked on the same conditions, and DIP of 81.9% of whiteness degrees and fluorescence intensity 3.9 was obtained. To obtained DIP, 50 degrees C of appending rates of H (hypo) were processed for 60 minutes 12% of pulp densities 0.3%, washing dehydration was carried out, and the pulp of 85.8% of whiteness degrees and fluorescence intensity 3.3 was obtained.

[0051] The color top used paper (fluorescence intensity 4.1) containing the fluorescent dye of example of comparison 2 example 1 was disaggregated and deinked on the same conditions, and DIP of 81.9% of whiteness degrees and fluorescence intensity 3.9 was obtained. To obtained DIP, 1.0% (H₂O₂) of hydrogen peroxides and NaOH 0.5% were added, 12% of pulp densities, it processed for 120 minutes, washing dehydration was carried out, and 80 degrees C of pulp were obtained.

[0052] The color top used paper (fluorescence intensity 4.1) containing the fluorescent dye of example of comparison 3 example 1 was disaggregated and deinked on the same conditions, and DIP of 81.9% of whiteness degrees and fluorescence intensity 3.9 was obtained. obtained DIP -- ozone (O3) 0.5% -- adding -- 35% of pulp densities, and a room temperature -- it processed for 10 minutes, washing dehydration was carried out, and pulp was obtained.

[0053] The color top used paper (fluorescence intensity 4.1) containing the fluorescent dye of example of comparison 4 example 1 was disaggregated and deinked on the same conditions, and DIP of 81.9% of whiteness degrees and fluorescence intensity 3.9 was obtained. To obtained DIP, 0.5% (FAS) of thiourea dioxides was added, 12% of pulp densities, it processed for 60 minutes, washing dehydration was carried out, and 50 degrees C of pulp were obtained.

[0054] The color top used paper (fluorescence intensity 4.1) containing the fluorescent dye of example of comparison 5 example 1 was disaggregated and deinked on the same conditions, and DIP of 81.9% of whiteness degrees and fluorescence intensity 3.9 was obtained. To obtained DIP, 12% of pulp densities, for 60 minutes, dichloro isocyanuric acid NATORUMU (Nippon Soda Co., Ltd. make; JIKURO top 60FG) 0.5% was added, it processed, and washing dehydration was carried out and 50 degrees C of pulp were obtained.

[0055] The color top used paper (fluorescence intensity 4.1) containing the fluorescent dye of example of comparison 6 example 1 was disaggregated and deinked on the same conditions, and DIP of 81.9% of whiteness degrees and fluorescence intensity 3.9 was obtained. To obtained DIP, 0.5% (on the other hand; by the shrine company OP600) of cationic polyamine system compounds was added, 12% of pulp densities, it processed for 60 minutes, washing dehydration was carried out, and 50 degrees C of pulp were obtained.

[0056] The evaluation result of fluorescence elimination to the used paper containing the fluorescent dye of the above-mentioned examples 1-10 and the examples 1-6 of a comparison is shown in the following table 1.

[0057]

[Table 1]

	白 色 度 %	蛍 光 度	L 値	色 相 a 値	b 値
実施例 1	84.4	0.0	92.43	-0.53	1.74
実施例 2	85.0	0.1	93.41	-0.41	4.40
実施例 3	86.3	0.3	94.01	-0.46	2.50
実施例 4	87.5	0.0	95.06	-0.94	3.05
実施例 5	87.1	0.0	94.74	-0.89	2.75
実施例 6	86.4	0.0	94.32	-0.88	3.06
実施例 7	86.6	0.0	94.56	-0.86	2.97
実施例 8	86.8	0.0	94.65	-0.83	2.93
実施例 9	87.3	0.0	94.84	-0.92	3.17
実施例 10	87.8	0.0	95.34	-0.96	3.45
比較例 1	85.8	3.3	93.01	-0.49	2.58
比較例 2	86.3	3.7	95.93	-0.61	3.60
比較例 3	87.9	3.0	95.64	-0.76	3.32
比較例 4	86.8	3.6	94.60	-0.81	2.90
比較例 5	85.4	3.5	93.81	-0.51	4.67
比較例 6	82.4	0.3	91.33	-0.12	3.16
KPのみ	86.2	0.0	94.93	-0.41	4.40

[0058] the ozone which is a general bleaching agent so that clearly from the above-mentioned table 1, a hydrogen peroxide, and a hypo -- it is not completely eliminable if FAS. Moreover, commercial JIKURO isocyanuric acid Na is not only also difficult, but it leads to generating of AOX and chloroform. Tenebescence (etioloation) is accepted although a cationic polyamine system compound is effective.

[0059] Beating of the KP is carried out to examples 8, 9, and 10 in a PFI mill, and the result of having measured hand papermaking and pulp physical properties for the sheet of basis-weight 60 g/m² as freshness of 400 cc is shown in Table 2. Since the rate of combination of the color top used paper

containing fluorescent dye is accepted for a strong fall a little in pulp physical properties at 50%, it is preferably [less than 50% of] good to kraft pulp.

[0060]

[Table 2]

	D I P %	密 度 g/cm ³	裂断長 km	比引裂 mN/g/m ²	内結 mJ	不透明度 %	平滑度 kPa
実施例 8	10	0.623	6.1	10.9	0211	74.5	81.8
実施例 9	30	0.628	5.9	11.2	196	76.7	82.6
実施例 10	50	0.614	5.6	9.8	186	79.5	82.8
KPのみ	0	0.618	6.1	10.5	198	74.2	82.2

[0061] ClO₂ [100 ppm] was added to PPC Hokusui (fluorescence intensity 3.4) containing <fluorescence elimination of Hokusui containing fluorescent dye> example 11 fluorescent dye, and mixed stirring was carried out for 30 minutes at the room temperature.

[0062] ClO₂ [1000 ppm] was added to coat paper Hokusui (fluorescence intensity 7.8) containing example 12 fluorescent dye, and mixed stirring was carried out for 30 minutes at the room temperature.

[0063] Cl₂ [100 ppm] was added to PPC Hokusui of example 13 example 11, and mixed stirring was carried out for 30 minutes at the room temperature.

[0064] 300 ppm of hypoes were added to PPC Hokusui of example 14 example 11, and mixed stirring was carried out for 30 minutes at the room temperature.

[0065] The mixing ratio of PPC Hokusui of example 15 example 11 and C Hokusui (10 ppm of *****) discharged from the bleaching process of kraft pulp was set to 1:100, and 50 degrees C carried out mixed stirring for 30 minutes.

[0066] The mixing ratio of PPC Hokusui of example 16 example 11 and H Hokusui (50 ppm of *****) discharged from the bleaching process of kraft pulp was set to 1:50, and 50 degrees C carried out mixed stirring for 30 minutes.

[0067] The mixing ratio of PPC Hokusui of example 17 example 11 and D Hokusui (100 ppm of *****) discharged from the bleaching process of kraft pulp was set to 1:10, and 50 degrees C carried out mixed stirring for 30 minutes.

[0068] The pulp which permuted 50% of the washing dilution water by one step of C/D of KP bleaching process 8 O-C/D1-E-H-D2, and carried out multistage bleaching of PPC Hokusui of example 18 example 11 was obtained. In addition, the conditions of each bleaching are the same as an example 6.

[0069] It is KP bleaching process (70% of the washing dilution water was permuted, and the pulp which carried out multistage bleaching was obtained in H steps of O-C/D1-E-H-D29.) about PPC Hokusui of example 19 example 11. In addition, the conditions of each bleaching are the same as an example 6.

[0070] The pulp which permuted 100% of the washing dilution water by two steps of D of KP bleaching process (O-C/D1-E-H-D2), and carried out multistage bleaching of PPC Hokusui of example 20 example 11 was obtained. In addition, the conditions of each bleaching are the same as an example 6.

[0071] 50% of the washing dilution water was permuted for PPC Hokusui of example of comparison 7 example 11 after bleaching of KP bleaching process (O-C/D1-E-H-D2).

[0072] 10% of the washing dilution water was permuted for PPC Hokusui of example of comparison 8 example 11 after bleaching of KP bleaching process (O-C/D1-E-H-D2).

[0073] The measured result is shown in the following table 3 about each Hokusui obtained in the above-mentioned examples 11-20 and the examples 7-8 of a comparison and the filtered residue, the fluorescence intensity of pulp, a whiteness degree, and a hue.

[0074]

[Table 3]

	濾液 蛍光度	残査又はパルプ				
		蛍光度	白色度 %	L値	色相 a値	b値
実施例11	0.0	0.0	87.8	96.94	-0.72	2.40
実施例12	0.2	0.2	87.4	96.76	-0.61	3.18
実施例13	0.0	0.0	87.1	95.98	-0.57	3.30
実施例14	0.1	0.1	87.0	95.93	-0.51	3.40
実施例15	0.3	0.3	86.1	94.93	-0.41	4.40
実施例16	0.4	0.4	86.7	95.71	-0.53	3.60
実施例17	0.1	0.1	86.2	94.93	-0.41	4.40
実施例18	—	0.0	86.4	95.42	-0.46	3.78
実施例19	—	0.0	86.3	94.97	-0.40	4.37
実施例20	—	0.0	86.5	95.36	-0.44	4.12
比較例7	—	1.6	86.7	94.65	-0.83	2.93
比較例8	—	0.4	86.4	95.93	-0.63	3.60
KPのみ	—	0.0	86.2	94.99	-0.42	4.46

[0075] It can mix with each chlorine-based Hokusui, residue and the fluorescence of Hokusui can be eliminated nearly completely by processing, and there is also no effect on pulp further.

[0076]

[Effect of the Invention] By this invention, by carrying out fluorescence elimination of the recycled pulp containing fluorescent dye, the thing of the high quality which is not different from a virgin pulp can be obtained, and use of used paper is expanded. By the thing of paper-making Hokusui which furthermore contains fluorescent dye to do for fluorescence elimination, water saving accompanying reuse of paper-making Hokusui can be offered.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-269788

(43) 公開日 平成11年(1999)10月5日

(51) Int.Cl.⁶

D 2 1 C 5/02
9/14

識別記号

F I

D 2 1 C 5/02
9/14

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平10-70063

(22) 出願日 平成10年(1998)3月19日

(71) 出願人 000005980

三菱製紙株式会社

東京都千代田区丸の内3丁目4番2号

(72) 発明者 西野 文昭

東京都千代田区丸の内3丁目4番2号三菱
製紙株式会社内

(54) 【発明の名称】 蛍光染料を含有する古紙または抄紙白水の蛍光消去法

(57) 【要約】

【課題】バージンパルプと変わらない高品質のパルプ、または抄紙白水の再利用に伴う節水化を可能とする蛍光染料を含有する古紙または抄紙白水の蛍光消去法を提供する。

【解決手段】クラフトパルプの塩素系漂白工程における少なくとも1箇所以上にて、蛍光染料を含有する古紙からなる離解、脱墨または漂白処理した古紙パルプをクラフトパルプに対して特定量混合して漂白し、蛍光消去処理することを特徴とする蛍光染料を含有する古紙の蛍光消去法。また、クラフトパルプの塩素系漂白工程における少なくとも1箇所以上から排出される塩素系白水中に、蛍光染料を含有する抄紙白水を特定量混合して漂白し、蛍光消去処理することを特徴とする蛍光染料を含有する抄紙白水の蛍光消去法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 クラフトパルプの塩素系漂白工程における少なくとも1箇所以上にて、蛍光染料を含有する古紙からなる離解、脱墨または漂白処理した古紙パルプをクラフトパルプに対して3〜50重量%混合して漂白し、蛍光消去処理することを特徴とする蛍光染料を含有する古紙の蛍光消去法。

【請求項2】 蛍光染料を含有する古紙の蛍光強度が、0.5〜1.0であり、且つ蛍光染料がスチルベン基、アミノ基、スルホン基、ジアゾ基のいずれか1つ以上を有する紫外短波長200〜400nmであることを特徴とする請求項1記載の蛍光染料を含有する古紙の蛍光消去法。

【請求項3】 塩素系漂白工程が、塩素、塩素と二酸化塩素、二酸化塩素、次亜塩素酸塩の段から選ばれる少なくとも1箇所以上であることを特徴とする請求項1記載の蛍光染料を含有する古紙の蛍光消去法。

【請求項4】 クラフトパルプの塩素系漂白工程における少なくとも1箇所以上から排出される塩素系白水（B）中に、蛍光染料を含有する抄紙白水（A）を重量比（A/B）で1/1〜1/100混合し、蛍光消去処理することを特徴とする蛍光染料を含有する抄紙白水の蛍光消去法。

【請求項5】 蛍光染料を含有する抄紙白水の蛍光強度が、0.3〜8であり、且つ蛍光染料がスチルベン基、アミノ基、スルホン基、ジアゾ基のいずれか1つ以上を有する紫外短波長200〜400nmであることを特徴とする請求項4記載の蛍光染料を含有する抄紙白水の蛍光消去法。

【請求項6】 塩素系白水が、塩素、塩素と二酸化塩素、二酸化塩素、次亜塩素酸塩による段の少なくとも1箇所以上から排出される白水であり、残塩素量が1〜1000ppmであることを特徴とする請求項4記載の蛍光染料を含有する抄紙白水の蛍光消去法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、蛍光染料を含有する古紙または抄紙白水の蛍光消去法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、古紙パルプは、木材パルプとともに製紙原料として使用されている。古紙パルプは、主に新聞、雑誌、トイレットペーパー等の白色度の余り要求されない下級紙にての利用であった。しかし、近年、環境保護、資源の再利用などにより古紙の再生パルプ化が重要視されるようになってきた。

【0003】最近の古紙は、印刷の高速化、美粧化などに対応した印刷インキの改良および印刷形式の進歩、即ちオフセット、凸版、レーザーなどにより紙とインキの付着が強く脱墨しにくい傾向にある。さらに、紫外線硬

化樹脂、熱硬化樹脂などの表面加工により離解しにくく従来の技術では、再生パルプ化がますます困難となっている。

【0004】印刷古紙やオフィス古紙中には、蛍光染料を含有するチラシやカクログなどが多くみられる。これら蛍光染料を含有する古紙は、常法の脱墨漂白では脱色しづらい。これらの混入が、白色度の低下、色調合わせの難しさ、紙面着色異物の要因の1つとなっている。そのため、蛍光染料を含有する古紙は、オフィス古紙や印刷古紙などに混入した場合、離解工程前に人手による抜き取り作業に頼って除去されているのが現状である。

【0005】蛍光染料の消去方法として、例えば、特開昭62-97993号公報では、離解された古紙を水酸化ナトリウム溶液にてpH10以上に調整し、次いで次亜塩素酸ナトリウム溶液を添加し、常温から60℃以内の温度下で貯留して蛍光染料を消去する方法が開示されている。しかし、この方法では蛍光消去は不十分だけでなく、褪色（黄化現象）とセルロースの損傷が起こる。

【0006】また、特公昭48-1693号公報では、ジクロールイソシアヌール酸塩により、4, 4'-ジアミノスチルベンスルフェン酸誘導体からなる蛍光増白剤を含有する古紙からの蛍光を消去する技術が開示されている。しかし、ジクロールイソシアヌール酸塩は、塩素化合物のためにAOX（吸着性有機ハロゲン化合物）が排水中に多量に発生し、問題となる。

【0007】さらに、特公平8-19630号公報では、古紙スラリーに対して特定の条件下で二酸化塩素処理によって古紙中の蛍光を消去する方法が開示されている。しかし、現状の古紙処理設備では、過酸化水素、次亜塩素酸ソーダによる漂白が一般的であり、二酸化塩素の使用は設備上非常に難しいだけでなく、コスト高につながるなどの欠点がある。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、前記従来技術の問題点を解決し、古紙パルプをクラフトパルプ漂白工程に混合処理して蛍光を消去することでバージンパルプと変わらない高品質のものを得ることができ、また、蛍光染料を含有する抄紙白水もクラフトパルプ漂白工程の塩素系白水と混合することで蛍光を消去でき、抄紙白水の再利用に伴う節水を提供することができる。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記の問題点を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、本発明の蛍光染料を含有する古紙または抄紙白水の蛍光消去法を発明するに至った。

【0010】本発明の蛍光染料を含有する古紙の蛍光消去法は、クラフトパルプの塩素系漂白工程における少なくとも1箇所以上にて、蛍光染料を含有する古紙からな

る離解、脱墨または漂白処理した古紙パルプをクラフトパルプに対して5〜50重量%混合して漂白し、蛍光消去処理することを特徴とするものである。即ち、クラフトパルプの漂白工程で使用する塩素系漂白剤によって蛍光染料に存在する共役2重結合、発色基などが分解され蛍光を抑制する。

【0011】本発明における蛍光染料を含有する古紙の蛍光強度が、0.5〜1.0であり、且つ蛍光染料が、スチルベン基、アミノ基、スルホン基、ジアゾ基のいずれか1つ以上を有する紫外短波長200〜400nmである。

【0012】本発明におけるクラフトパルプの塩素系漂白工程が、塩素、塩素と二酸化塩素、二酸化塩素、次亜塩素酸塩の段から選ばれる少なくとも1箇所以上である。

【0013】また、本発明の蛍光染料を含有する抄紙白水の蛍光消去法は、クラフトパルプの塩素系漂白工程における少なくとも1箇所以上から排出される塩素系白水(B)中に、蛍光染料を含有する抄紙白水(A)を重量比(A/B)で1/1〜1/100混合し、蛍光消去処理することを特徴とするものである。即ち、クラフトパルプの塩素系白水中に残存する塩素系イオンによって蛍光染料に存在する共役2重結合、発色基などが分解され蛍光を抑制する。

【0014】本発明における蛍光染料を含有する抄紙白水の蛍光強度が、0.3〜8であり、且つ蛍光染料が、スチルベン基、アミノ基、スルホン基、ジアゾ基のいずれか1つ以上を有する紫外短波長200〜400nmである。

【0015】本発明における塩素系白水が、塩素、塩素と二酸化塩素、二酸化塩素、次亜塩素酸塩による段の少なくとも1箇所以上から排出される白水であり、残塩素量が1〜1000ppmである。

【0016】

【発明の実施の形態】本発明で再生処理される古紙としては、一般的に印刷古紙やオフィス古紙中に存在する蛍光染料で染色されたチラシ、カタログなどの印刷された上質紙や微塗工紙などである。蛍光染料を含有する上質紙は、元々白色度が高く、高品質な古紙である。従って、脱墨と脱蛍光だけでもニーズにあった製品が得られる場合もある。

【0017】上記蛍光染料を含有する古紙は、離解、脱墨または漂白処理して古紙パルプ(以下、DIPと略す)とし、これをクラフトパルプ(以下、KPと略す)の塩素系漂白工程中の任意の箇所混合され、DIPおよびKPと共に漂白することで蛍光が消去される。

【0018】KPは、一般的に使用されている広葉樹パルプ(以下、LBKPと略す)、針葉樹パルプ(以下、NBKPと略す)などであり、樹種としては国産材による広葉樹および針葉樹、外国材による広葉樹および針葉

樹、さらに植林材などを挙げることができる。

【0019】蛍光染料を含有するDIPは、KPに対して3〜50重量%の混合量で漂白処理するものであり、処理後のパルプ品質面を考慮した場合、好ましくは10〜30重量%である。

【0020】ここで、DIPが、KPに対して3重量%未満では、品質などの問題はないがポンプなどの設備的に配合が難しい。一方、50重量%を超えて多いと現行操業条件を変更し、且つ晒薬品の添加率を過剰に必要となり、さらにパルプ品質も低下する。

【0021】本発明における蛍光染料としては、スチルベン基、アミノ基、スルホン基、ジアゾ基のいずれか1つ以上を有するものであり、紫外短波長が200〜400nmの波長領域を有するものである。蛍光染料としては、具体的には、ビス(トリアジニルアミノ)スチルベンジスルホン酸誘導体、クマリン誘導体、ピラゾニン誘導体、ナフタルイミド誘導体、ビスベンゾオキサゾリル誘導体、ビススチリルビフェニール誘導体などを挙げることができる。なお、蛍光染料は、蛍光分光光度計およびFT-IRにより上記波長領域に限定するとともに、過酸化水素を用いて蛍光消去できないものを対象としている。

【0022】本発明における蛍光染料を含有する古紙パルプの蛍光強度は、0.5〜1.0の範囲内にあるものである。蛍光強度の測定に当たっては、日本電色工業社製;スペクトルカラーメーター「PF-10」を使用した。

【0023】ここで、蛍光強度が0.5未満でも消去効果が見られるが、0.5未満のレベルであれば、そのままDIP系の再生処理工程で消去可能である。一方、蛍光強度が1.0を超えて大きいと通常のKP塩素系漂白工程では完全に蛍光消去しきれない。尚、品質を考慮せずに過剰に塩素系薬品を添加すれば消去できる。

【0024】蛍光染料を含有する古紙を離解、脱墨または漂白処理してDIPは、KPの塩素系漂白工程における少なくとも一箇所以上で脱蛍光処理するが、KPにおける塩素系漂白工程としては、塩素(C)、塩素と二酸化塩素(D)、二酸化塩素、次亜塩素酸塩(H)の段から選ばれる少なくとも1箇所以上で行うものである。例えば、C-E(アルカリ段)-H-D、C/D-E-H-D、D-E-H-Dなどである。

【0025】本発明における蛍光染料を含有する抄紙白水の蛍光消去法は、KPの塩素系漂白工程における少なくとも1箇所以上から排出される塩素系白水(B)に対して、蛍光染料を含有する抄紙白水(A)を混合して蛍光を消去するものである。混合に当たっては、重量比(A/B)で1/1〜1/100の範囲である。さらに好ましくは、1/2〜1/80の範囲である。

【0026】蛍光染料を含有する抄紙白水とは、一般的に蛍光染料(蛍光増白剤など)を使用している印刷原

紙、塗工原紙等の抄造時に発生する白水のことである。

【0027】ここで、蛍光染料を含有する抄紙白水(A)が、KPより排出される塩素系白水(B)に対して、1/100未満では、効果が見られるが、抄紙白水の使用量が少なくなる。一方、1/1を超えて多いと蛍光消去の効果が小さい。

【0028】蛍光染料が含有する抄紙白水の蛍光強度は、0.3~8.0の範囲内であるものである。蛍光染料としては、スチルベン基、アミノ基、スルホン基、ジアゾ基のいずれか1つ以上を有するものであり、紫外短波長が200~400nmの波長領域を有するものである。

【0029】ここで、蛍光強度が0.3未満でも消去効果が見られるが、0.3未満のレベルであれば抄紙系の凝集沈澱処理などで消去でき、そのまま抄紙白水として使用しても問題ない。一方、蛍光強度が8を超えて大きいとKPの塩素系白水では蛍光を完全に消去しきれない。

【0030】KPの塩素系漂白工程から排出されるKP白水は、塩素、塩素と二酸化塩素、二酸化塩素、次亜塩素酸塩による段における少なくとも1箇所以上から排出されるものであり、残塩素量としては1~1000ppmである。さらに好ましくは10~500ppmである。ここで、1ppm未満では、ほとんど蛍光を消去することができず、1000ppmを超えて多いKP白水はほとんど存在せず、且つこれ以上のレベルでは環境問題となる。

【0031】DIPの脱蛍光処理条件は、KP工程における漂白条件で十分消去でき、さらに漂白性の向上も図れるため、条件の変更をする必要もない。

【0032】また、抄紙白水の蛍光についても同様に變更する必要がないが、混合比率と残塩素率に十分注意する必要がある。

【0033】DIP再生処理については、公知の処理方法でよいが、一般的な工程の一例として、例えば、離解工程(パルパー)→粗選工程(粗選スクリーン、クリーナー、粗選ウォッシャー、粗選シックナー)→脱墨工程(脱墨ニーダー、フローテーター)→精選工程(精選スクリーン、クリーナー、精選ウォッシャー、精選シックナー)→漂白工程(漂白ニーダー、漂白塔、漂白ウォッシャー)→抄紙工程(高濃度チェスト、抄紙機)などの順で行う処理方法を挙げることができる。

【0034】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明は本実施例に限定されるものではない。なお、実施例において、記載の部、%は全て重量部、重量%によるものである。

【0035】本発明の実施例または比較例に当たって、下記の測定および評価方法に従って行った。白色度(ハンター白色度法; JIS-P8123)、色相および蛍光強度(日本電色社製スペクトルカラーメーター「PF

-10」)、密度(JIS-P8118)、坪水度(カナディアンフリーネステスト; JIS-P8121)、裂断長(JIS-P8113)、内部結合強度(インターナルボンドテスター)、不透明度(JIS-P8138)、平滑度(TAPPI T-236)、比引裂強度(エルメンドルフ引裂き試験器; JIS-P8116)を使用して測定した。

【0036】印刷古紙、オフィス古紙は一般的なものを使用し、蛍光染料を含有する古紙及びKP白水は、FT-IR(パーキンエルマージャパン社製)、スペクトルカラーメーターと過酸化水素で脱色できないことを確認して使用した。

【0037】<蛍光染料を含有する古紙の蛍光消去>実施例1

蛍光染料を含有する色上古紙(蛍光強度4.1)を高濃度パルパー(パルプ濃度約20%)を用い、水酸化ナトリウム(NaOH)0.8%、脱墨剤(花王社製; DI-1200)0.08%を添加し、室温にて30分間離解した。その後、洗浄脱水し、濃度約30%に調整した後、過酸化水素0.1%、NaOH2.4%、脱墨剤0.18%を加えて分散混合し、温度60℃で2時間熟成した。次いでフローテーション処理し、洗浄脱水して白色度81.9%、蛍光強度3.9の古紙パルプ(DIP)を得た。得られたDIPに、二酸化塩素(ClO₂)0.1%(対絶乾パルプ)を添加し、パルプ濃度15%、室温で60分間攪拌し、洗浄脱水してパルプを得た。

【0038】実施例2

蛍光染料を含有する色上古紙(蛍光強度6.8)を実施例1と同様の条件で離解し、洗浄脱水した後、さらに熟成、フローテーション処理し、洗浄脱水して白色度82.3%、蛍光強度6.5のDIPを得た。得られたDIPに、ClO₂0.15%を添加し、パルプ濃度15%、室温で60分間処理、洗浄脱水してパルプを得た。

【0039】実施例3

蛍光染料を含有する色上古紙(蛍光強度9.8)を実施例1と同様の条件で離解し、洗浄脱水した後、さらに熟成、フローテーション処理し、洗浄脱水して白色度82.7%、蛍光強度9.6のDIPを得た。得られたDIPに、ClO₂0.2%を添加し、室温で60分間処理し、洗浄脱水してパルプを得た。

【0040】実施例4

実施例3の蛍光染料を含有する色上古紙(蛍光強度9.8)を同様の条件で離解し、洗浄脱水、さらに熟成、フローテーション処理し、洗浄脱水して白色度82.7%、蛍光強度9.6のDIPを得た。得られたDIPに、ClO₂0.2%を添加し、50℃で60分間処理し、洗浄脱水してパルプを得た。

【0041】実施例5

実施例3の蛍光染料を含有する色上古紙(蛍光強度9.

8)を同様の条件で離解し、洗浄脱水し、さらに熟成、フローテーション処理し、洗浄脱水して白色度82.7%、蛍光強度9.6のDIPを得た。得られたDIPに、C1020.2%を添加し、室温で120分間処理し、洗浄脱水してパルプを得た。

【0042】実施例6

実施例1の蛍光染料を含有する色上古紙(蛍光強度4.1)を同条件で離解し、洗浄脱水した後、熟成、フローテーション処理し、洗浄脱水して白色度81.9%、蛍光強度3.9のDIPを得た。次いで、クラフトパルプ(KP)漂白工程:O(酸素漂白)-C(塩素)/D₁(二酸化塩素)-E(水酸化ナトリウム)-H(次亜塩素酸ナトリウム)-D₂におけるC/D₁段にDIPを30%配合して、多段漂白したパルプを得た。

【0043】<漂白の条件>

Cの添加率;1.5%、
D₁の添加率;0.15%でパルプ濃度3.5%、55℃、30分間
Eの添加率;0.8%でパルプ濃度12%、65℃、90分間
Hの添加率;0.4%でパルプ濃度12%、65℃、90分間
D₂の添加率;0.1%でパルプ濃度12%、65℃、90分間
なお、DIPを配合しないO-C/D₁-E-H-D₂にて漂白したKPは、白色度86.2%、蛍光強度0.0である。

【0044】実施例7

実施例6と同様の条件で、蛍光強度3.9のDIPとKPのH段に30%配合して、H-D₂の漂白したパルプを得た。

【0045】<漂白の条件>

Hの添加率;0.4%でパルプ濃度12%、65℃、90分間
D₂の添加率;0.1%でパルプ濃度12%、65℃、90分間

【0046】実施例8

実施例6と同様の条件で、蛍光強度3.9のDIPとKPのD₂段に10%配合して、D₂の漂白したパルプを得た。

【0047】<漂白の条件>

D₂の添加率;0.1%でパルプ濃度12%、65℃、90分間

【0048】実施例9

実施例8と同様の条件で、蛍光強度3.9のDIPとKPのD₂段に30%配合して、D₂の漂白したパルプを得た。漂白条件は実施例8と同じ。

【0049】実施例10

実施例8と同様の条件で、蛍光強度3.9のDIPとK

PのD₂段に50%配合して、D₂の漂白したパルプを得た。漂白条件は実施例8と同じ。

【0050】比較例1

実施例1の蛍光染料を含有する色上古紙(蛍光強度4.1)を同様の条件で離解、脱墨して白色度81.9%、蛍光強度3.9のDIPを得た。得られたDIPに、H(ハイポ)の添加率を0.3%、パルプ濃度12%、50℃、60分間処理し、洗浄脱水して白色度85.8%、蛍光強度3.3のパルプを得た。

【0051】比較例2

実施例1の蛍光染料を含有する色上古紙(蛍光強度4.1)を同様の条件で離解、脱墨して白色度81.9%、蛍光強度3.9のDIPを得た。得られたDIPに、過酸化水素(H₂O₂)1.0%とNaOH0.5%を添加し、パルプ濃度12%、80℃、120分間処理し、洗浄脱水してパルプを得た。

【0052】比較例3

実施例1の蛍光染料を含有する色上古紙(蛍光強度4.1)を同様の条件で離解、脱墨して白色度81.9%、蛍光強度3.9のDIPを得た。得られたDIPに、オゾン(O₃)0.5%を添加し、パルプ濃度35%、室温、10分間処理し、洗浄脱水してパルプを得た。

【0053】比較例4

実施例1の蛍光染料を含有する色上古紙(蛍光強度4.1)を同様の条件で離解、脱墨して白色度81.9%、蛍光強度3.9のDIPを得た。得られたDIPに、二酸化チオ尿素(FAS)0.5%を添加し、パルプ濃度12%、50℃、60分間処理し、洗浄脱水してパルプを得た。

【0054】比較例5

実施例1の蛍光染料を含有する色上古紙(蛍光強度4.1)を同様の条件で離解、脱墨して白色度81.9%、蛍光強度3.9のDIPを得た。得られたDIPに、ジクロロイソシアヌル酸ナトリウム(日本曹達社製;ジクロトップ60FG)0.5%を添加し、パルプ濃度12%、50℃、60分間処理、洗浄脱水してパルプを得た。

【0055】比較例6

実施例1の蛍光染料を含有する色上古紙(蛍光強度4.1)を同様の条件で離解、脱墨して白色度81.9%、蛍光強度3.9のDIPを得た。得られたDIPに、カチオン性ポリアミン系化合物(一方社社製;OP600)0.5%を添加し、パルプ濃度12%、50℃、60分間処理し、洗浄脱水してパルプを得た。

【0056】上記実施例1~10と比較例1~6の蛍光染料を含有する古紙に対する蛍光消去の評価結果について、下記表1に示す。

【0057】

【表1】

	白色度 %	蛍光 強度	L 値	色 相 a 値	b 値
実施例 1	84.4	0.0	92.43	-0.53	1.74
実施例 2	85.0	0.1	93.41	-0.41	4.40
実施例 3	86.3	0.3	94.01	-0.46	2.50
実施例 4	87.5	0.0	95.06	-0.94	3.05
実施例 5	87.1	0.0	94.74	-0.89	2.75
実施例 6	86.4	0.0	94.32	-0.88	3.06
実施例 7	86.6	0.0	94.56	-0.88	2.97
実施例 8	86.8	0.0	94.65	-0.83	2.93
実施例 9	87.3	0.0	94.84	-0.92	3.17
実施例 10	87.8	0.0	95.34	-0.96	3.45
比較例 1	85.8	3.3	93.01	-0.49	2.58
比較例 2	86.3	3.7	95.93	-0.61	3.60
比較例 3	87.9	3.0	95.64	-0.76	3.32
比較例 4	86.8	3.6	94.60	-0.81	2.90
比較例 5	85.4	3.5	93.81	-0.51	4.67
比較例 6	82.4	0.3	91.33	0.12	3.16
KPのみ	86.2	0.0	94.93	-0.41	4.40

【0058】上記表1から明らかなように、一般的な漂白剤であるオゾン、過酸化水素、ハイポ、FASでは、完全に消去できない。また、市販のジクロロソシアヌル酸Naも難しいだけでなく、AOXとクロロホルムの発生につながる。カチオン性ポリアミン系化合物は効果あるものの褪色（黄化）が認められる。

【0059】実施例8、9、10とKPをPFIミルにて叩解し、汙水度400ccとして坪量60g/m²の*

*シートを手抄き、パルプ物性を測定した結果を表2に示す。蛍光染料を含有する色上古紙の配合率が50%では、パルプ物性において若干強度の低下が認められるためクラフトパルプに対して好ましくは50%未満がよい。

20 【0060】

【表2】

	DIP %	密度 g/cm ³	裂断長 km	比引裂 mN/g/m ²	内結 mJ	不透明度 %	平滑度 kPa
実施例 8	10	0.623	6.1	10.9	0211	74.5	81.8
実施例 9	30	0.628	5.9	11.2	196	76.7	82.6
実施例 10	50	0.614	5.6	9.8	186	79.5	82.8
KPのみ	0	0.618	6.1	10.5	198	74.2	82.2

【0061】＜蛍光染料を含有する白水の蛍光消去＞

実施例11

蛍光染料を含有するPPC白水（蛍光強度3.4）に、ClO₂を100ppm添加し、室温にて30分間、混合攪拌した。

【0062】実施例12

蛍光染料を含有するコート紙白水（蛍光強度7.8）に、ClO₂を1000ppm添加し、室温にて30分間、混合攪拌した。

【0063】実施例13

実施例11のPPC白水に、Cl₂を100ppm添加し、室温にて30分間、混合攪拌した。

【0064】実施例14

実施例11のPPC白水に、ハイポを300ppm添加し、室温にて30分間、混合攪拌した。

【0065】実施例15

実施例11のPPC白水とクラフトパルプの漂白工程から排出されたC白水（残塩素10ppm）の混合比を1:100にして、50℃、30分間、混合攪拌した。

【0066】実施例16

実施例11のPPC白水とクラフトパルプの漂白工程から排出されたH白水（残塩素50ppm）の混合比を

*1:50にして、50℃、30分間、混合攪拌した。

30 【0067】実施例17

実施例11のPPC白水とクラフトパルプの漂白工程から排出されたD白水（残塩素100ppm）の混合比を1:10にして、50℃、30分間、混合攪拌した。

【0068】実施例18

実施例11のPPC白水とKP漂白工程80-C/D₁-E-H-D₂のC/D₁段にて洗浄希釈水の50%を置換して、多段漂白したパルプを得た。なお、各漂白の条件は、実施例6と同一である。

【0069】実施例19

40 実施例11のPPC白水とKP漂白工程（O-C/D₁-E-H-D₂）のH段にて洗浄希釈水の70%を置換して、多段漂白したパルプを得た。なお、各漂白の条件は、実施例6と同一である。

【0070】実施例20

実施例11のPPC白水とKP漂白工程（O-C/D₁-E-H-D₂）のD₂段にて洗浄希釈水の100%を置換して、多段漂白したパルプを得た。なお、各漂白の条件は、実施例6と同一である。

【0071】比較例7

*50 実施例11のPPC白水とKP漂白工程（O-C/D₁

－E－H－D₂)の漂白後に、洗浄希釈水の50%を置換した。

【0072】比較例8

実施例11のPPC白水をKP漂白工程(O－C/D₁－E－H－D₂)の漂白後に、洗浄希釈水の10%を置換した。

*【0073】上記実施例11～20および比較例7～8で得た各白水および濾過した残査、パルプの蛍光強度、白色度、色相について、測定した結果を下記表3に示す。

【0074】

*【表3】

	濃液	残査又はパルプ			
		蛍光強度	白色度%	色相	
		蛍光強度	白色度%	L値	a値 b値
実施例11	0.0	0.0	87.8	96.94	-0.72 2.40
実施例12	0.2	0.2	87.4	96.76	-0.61 3.18
実施例13	0.0	0.0	87.1	95.98	-0.57 3.30
実施例14	0.1	0.1	87.0	95.93	-0.51 3.40
実施例15	0.3	0.3	86.1	94.93	-0.41 4.40
実施例16	0.4	0.4	86.7	95.71	-0.53 3.60
実施例17	0.1	0.1	86.2	94.93	-0.41 4.40
実施例18	—	0.0	86.4	95.42	-0.46 3.78
実施例19	—	0.0	86.3	94.97	-0.40 4.37
実施例20	—	0.0	86.5	95.36	-0.44 4.12
比較例7	—	1.6	86.7	94.65	-0.83 2.93
比較例8	—	0.4	86.4	95.93	-0.63 3.60
KPのみ	—	0.0	86.2	94.99	-0.42 4.46

【0075】各塩素系白水と混合し、処理することでほぼ完全に残査と白水の蛍光を消去することができ、さらにパルプへの影響もない。

【0076】

【発明の効果】本発明により、蛍光染料を含有する古紙※

※パルプを蛍光消去することで、バージンパルプと変わらない高品質のものを得ることができ、古紙の利用が拡大する。さらに蛍光染料を含有する抄紙白水の蛍光消去することで、抄紙白水の再利用に伴う節水を提供することができる。